

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY**

**As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.**

## Derwent Record

View: [Expand Details](#) Go to: [Delphion Integrated View](#) [Email](#)

Derwent Title: **Immobilising elementary mercury in contaminated solid, e.g. soil - by treating solid with aq. soln. contg. potassium polysulphide, potassium thiosulphate, and opt. carbonate and potassium sulphate**

Original Title: ☒ **DE4422468A1**: Verfahren und Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber

Assignee: **UBIB UNTERNEHMENSBERATUNGS GMBH** Non-standard company

Inventor: **MUELLER G**;

Accession/Update: **1996-050471 / 199606**

IPC Code: **A62D 3/00** ;

Derwent Classes: **D15; P35**;

Manual Codes: **D04-A01P**(By other method) , **D04-B05**(Removal of metals)

Derwent Abstract: (DE4422468A) Elementary Hg is immobilised in contaminated solids, esp. soil, sediments, rubbish for disposal and industrial wastes, by treating the contaminated solid with an aq. K polysulphide/K thiosulphate soln..  
**Advantage** - The degree of immobilisation is high, and the Hg is converted to non-toxic substances, mainly HgS, which is water-insol. and can be held in normal waste dumps.

[Dwg.0/0](#)

Family: **PDF Patent** **Pub. Date** **Derwent Update** **Pages** **Language** **IPC Code**

☒ **DE4422468A1** \* 1996-01-04 199606 3 German A62D 3/00

Local appls.: **DE1994004422468** Filed:1994-06-28 (94DE-4422468)

INPADOC Legal Status: [Show legal status actions](#)

First Claim: Show all claims 1. Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, **dadurch gekennzeichnet**, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt.

Priority Number:

Application Number	Filed	Original Title
<a href="#">DE1994004422468</a>	1994-06-28	VERFAHREN UND ZUSAMMENSETZUNG ZUR IMMOBILISIERUNG VON ELEMENTAREM QUECKSILBER

Unlinked 1391U 1773U

Registry Numbers:

⌘ Title Terms:

IMMOBILISE ELEMENTARY MERCURY CONTAMINATE SOLID SOIL TREAT  
SOLID AQUEOUS SOLUTION CONTAIN POTASSIUM POLYSULPHIDE  
POTASSIUM THIOSULPHATE OPTION CARBONATE POTASSIUM SULPHATE

[Pricing](#) [Current charges](#)

<b>Derwent Searches:</b>	<a href="#">Boolean</a>   <a href="#">Accession/Number</a>   <a href="#">Advanced</a>
--------------------------	---

Data copyright Thomson Derwent 2003

© 1997-2004 Thomson Delphion      [Research Subscriptions](#) | [Privacy Policy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#)


<b>THOMSON</b>  <b>DELPHION</b>		<b>RESEARCH</b> <a href="#">Log on</a>   <a href="#">WebPages</a>   <a href="#">Stock Pages</a>   <a href="#">My Account</a>   <a href="#">Products</a>	<b>PRODUCTS</b> Search: <a href="#">Quick/Number</a>   <a href="#">Boolean</a>   <a href="#">Advanced</a>   <a href="#">Derwent</a>	<b>INSIDE DELPHION</b>
--	--	--	--	------------------------

## The Delphion Integrated View

Get Now: ☒ PDF | [More choices...](#)

Tools: Add to Work File: [Create new Wor](#)

View: [Expand Details](#) | [INPADOC](#) | Jump to: [Top](#) ☒ Go to: [Derwent](#)

 [Email](#)

🔍 Title: **DE4422468A1: Immobilising elementary mercury in contaminated soil**[\[German\]](#)

🔍 Derwent Title: Immobilising elementary mercury in contaminated solid, e.g. soil - by treating solid with aq. soln. contg. potassium polysulphide, potassium thiosulphate, and opt. carbonate and potassium sulphate [\[Derwent Record\]](#)

🔍 Country: **DE Germany**

🔍 Kind: **A1 Document Laid open (First Publication)** <sup>i</sup>

🔍 Inventor: **Mueller, German, Prof.**; Bammental, Germany 69245

🔍 Assignee: **UBIB Unternehmensberatungs GmbH, 89186 Illerrieden, DE**  
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)

🔍 Published / Filed: **1996-01-04 / 1994-06-28**

🔍 Application **DE1994004422468**

Number:

🔍 IPC Code: **A62D 3/00;**

🔍 ECLA Code: **A62D3/00E; A62D3/00E4; B09C1/08;**

🔍 Priority Number: **1994-06-28 DE1994004422468**

🔍 Attorney, Agent or Firm: **Patentanwaelte Hauck, Graalfs, Wehnert, Doering, Siemons ; ,**  
 Duesseldorf 40474

🔍 INPADOC [Show legal status actions](#)

Legal Status:

🔍 Family: **None**

🔍 Description

[\[Collapse\]](#):

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen. Die Erfindung bezieht sich ferner auf eine Zusammensetzung hierzu.

Es ist bekannt, Schwermetalle aus wäßrigen Lösungen, bei denen es sich meistens um Abwässer der metallverarbeitenden Industrie handelt, durch hydroxidische Fällung zu entfernen. Daneben werden jedoch auch bereits Verfahren eingesetzt, bei denen eine Fällung der Metalle als Sulfid stattfindet. Der Vorteil der Sulfid-Fällung liegt darin, daß die Metallsulfide eine weit geringere Löslichkeit als die entsprechenden Metallhydroxide besitzen und dadurch ein geringerer Metall-Restgehalt in der Lösung verbleibt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen zu schaffen, mit dem sich eine besonders hohe Immobilisierungswirkung erzielen läßt.



Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der angegebenen Art dadurch gelöst, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt.

Es hat sich gezeigt, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine rasche Umwandlung des Quecksilbers zu schwarzem Quecksilbersulfid (HgS) erfolgt, wobei die Reaktionsdauer von der Teilchengröße der Quecksilber-Tröpfchen abhängt. Bei feinst verteiltem Quecksilber ist die Reaktion spontan und läuft im Bruchteil einer Sekunde ab. Bei größeren Tröpfchen kann die Reaktion durch Einsatz von oberflächenaktiven Stoffen (Tensiden) und/oder durch Durchführung einer Ultraschall-Behandlung beschleunigt werden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren läßt sich das elementare Quecksilber in nicht-toxische Substanzen, nämlich Quecksilbersulfid, überführen, das auf normalen Deponien gelagert werden kann und nicht als Sonderabfall behandelt werden muß. HgS ist in Wasser praktisch unlöslich und wird sogar von konzentrierten Mineralsäuren nur langsam aufgelöst. Bei einer ordnungsgemäßen Deponierung ist die Einwirkung von konzentrierten Mineralsäuren von außen her auf das immobilisierte Material selbst unter extremen Bedingungen wenig wahrscheinlich. Möglich ist hingegen eine Oxidation der in Sulfid überführten Quecksilber- und Eisenverbindungen unter aeroben Bedingungen, was zur Bildung von schwefeliger Säure und letztendlich Schwefelsäure führen kann, die ihrerseits wieder Quecksilbersulfid in Lösung bringen könnte, falls ein für die Auflösung von HgS erforderlicher niedriger pH-Wert überhaupt erreichbar ist. Um diesen Prozeß von vornherein auszuschließen, genügt bereits ein geringer Karbonatgehalt im Feststoff, der entweder bereits im zu behandelnden Material vorhanden ist (beispielsweise in vielen Böden) oder, falls dies nicht der Fall ist, dem Feststoff bei oder nach der Immobilisierung in Form von Kalk ( $\text{CaCO}_3$ , Gesteinsmehl) zugegeben wird.

Solange im Substrat Kalk vorhanden ist, verbleibt der pH-Wert im Karbonatpufferungsbereich zwischen pH 8,6 – 6,2, und die durch Oxidation von Sulfid möglicherweise entstehenden Protonen werden durch die Reaktion mit  $\text{CaCO}_3$  neutralisiert:  $\text{CaCO}_3 + \text{H}^+ = \text{Ca}^{2+} + \text{HCO}_3^-$

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Lösung werden Schwefel und Kaliumkarbonat ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) unter Luftabschluß bei 250° C so lange zusammengeschmolzen, bis die  $\text{CO}_2$ -Entwicklung (aus der Zersetzung des Kaliumkarbonats) beendet ist. Beim Abkühlen entsteht eine grünlich-gelbe, harte Masse, die nach röntgenographischen Untersuchungen aus den Hauptkomponenten Kaliumpolysulfide,  $\text{K}_2\text{S}_n$  Kaliumthiosulfat,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$  wobei  $n = 3-6$  ist, sowie untergeordnet Kaliumsulfat,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  besteht.

Die relativen Anteile der drei Komponenten sind vom Mischungsverhältnis der Ausgangschemikalien abhängig.

Die Herstellung einer für die Hg-Immobilisierung gebrauchsfähigen wäßrigen Lösung erfolgt dann durch Auflösung des zuvor mechanisch zerkleinerten Schmelzkuchens in Wasser. Es entsteht eine bräunlich-gelbe Lösung mit einem pH-Wert von 12,5.

Um eine im Hinblick auf eine optimale Hg-Immobilisierung

erreichbare Zusammensetzung zu erhalten, wurden die Ausgangschemikalien Schwefel und Kaliumkarbonat in den Verhältnissen 1:1; 1:1,5; 1:2 und 1:3 geschmolzen. Hieraus wurden entsprechende wäßrige Lösungen hergestellt. Mit diesen Lösungen wurde die jeweilige Hg-Bindungskapazität gemessen. Es ergaben sich dabei folgende Werte:

Verhältnis S:K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Hg-Bindungskapazität in meq Hg/g der Schmelze
1:1	22,13
1:1,5	23,20
1:2	21,63
1:3	17,08



Hieraus ergibt sich, daß bei Mischungsverhältnissen zwischen 1:1 und 1:2 ähnlich hohe Immobilisierungswirkungen erzielt werden. Der optimale Wert liegt bei einem Verhältnis 1:1,5.

Die Bemessung der für die Hg-Immobilisierung erforderlichen Lösungsmenge erfolgt nach der zu erwartenden Hg-Konzentration im Feststoff. Zu beachten ist jedoch, daß auch andere Metallverbindungen, dies gilt insbesondere für schlecht kristallisierte Eisen- und Manganoxihydrate, mit Polysulfiden reagieren und schwarze Eisen- und Mangansulfide bilden. Ein Überschuß an Fällungsmittel ist somit in den meisten Fällen angezeigt.

Die Erfindung betrifft ferner eine Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie Kaliumpolysulfid- und Kaliumthiosulfatanteile aufweist. Die Zusammensetzung kann wahlweise Kaliumsulfatanteile aufweisen. Sie liegt vorzugsweise als wäßrige Lösung vor. Zweckmäßigerweise weist sie Karbonatanteile auf, um eine Oxidation der in Sulfid überführten Quecksilber- und Eisenverbindungen zu verhindern.

⚙ First Claim: [Show all claims](#) 1. Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, **dadurch gekennzeichnet**, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt.

⚙ Forward References: **Go to Result Set: Forward references (1)**

PDF	Patent	Pub.Date	Inventor	Assignee	Title
	<a href="#">US6403044</a>	2002-06-11	Litz; John E.	ADA Technologies, Inc.	Method and apparatus for stabilizing elemental mercury
	<a href="#">DE19717122A1</a>	1998-10-29	Krauke, Wolfgang, Dipl.-Ing.	Kali-Umwelttechnik Sondershausen GmbH, 99706 Sondershausen, DE	Mineralischer Versatzbaustoff für die Versatzunterstützung bei der Sanierung von Hohlräumen

⚙ Foreign References: None

References:

⚙ Other Abstract CHEMABS 124(12)154902M CAN124(12)154902M DERABS C96-050471 DERC96-05

Info:



[Nominate this for the Gall](#)



© 1997-2004 Thomson Delphion

[Research Subscriptions](#) | [Privacy Policy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#)

The available invention concerns a procedure for the immobilization of elementary mercury in contaminated solids, in particular soils, sediments, dump materials, industriellen wastes. The invention refers furthermore to a composition for this. It is well-known, heavy metals from aqueous solutions to remove with which it mostly waste water of the metalworking industry concerns, by hydroxidische precipitation. Besides however procedures are also already used, at which a precipitation of the metals takes place as sulfide. The advantage of the sulfide precipitation is in the fact that the metal sulfides possess a far smaller solubility than the appropriate metal hydroxides and thus a smaller metal remainder content remains in the solution. The invention is the basis the task to create a procedure for the immobilization of elementary mercury in contaminated solids with which a particularly high immobilization effect can be obtained. This task is solved according to invention with a procedure of the indicated kind by the fact that one treats the solid contaminated with mercury with an aqueous Kaliumpolysulfid Kaliumthiosulfat solution. It was shown that with the procedure according to invention a rapid transformation of mercury takes place to black mercury sulfide (HgS), whereby the reaction duration depends on the particle size of the mercury droplets. With distributed mercury is spontaneous the reaction purifies and runs off in the fraction of one second. With larger droplets the reaction can be accelerated by employment by surface-active materials (Tensiden) and/or by execution of a treatment with ultrasound. With the procedure according to invention leaves themselves i.e. elementary mercury into non-toxic substances, to mercury sulfide, transfer, which can be stored on normal dumps and not when special refuse must be treated. HgS is practically insoluble in water and even from concentrated mineral acids is only slowly dissolved. With a normal deponierung the effect of concentrated mineral acids is from the outside ago probable on the immobilized material under extreme conditions a little. Possible however an oxidation of mercury and eisenverbindungen under aerobes, transferred in sulfide, is conditions, which can lead to the formation of sulfurous acid and finally sulfuric acid, which could bring for their part back mercury sulfide in solution, if a low pH value necessary for the dissolution of HgS is at all attainable. In order to exclude this process from the beginning, is already sufficient a small carbonate content in the solid, which in the material which can be treated is present either already (for example in many soils) or, if this is not the case, which solid with or after the immobilization in the form of lime (CaCO<sub>3</sub>, powdered mineral) is added. As long as in the substrate lime is present, does the pH value remain in the carbonate buffering range between pH 8,6? 6,2, and the protons resulting from oxidation of sulfide are possibly neutralized by the reaction with CaCO<sub>3</sub>:  $\text{CaCO}_3 + \text{H}^+ = \text{approx.??} + \text{HCO}_3^-$  For the production of the solution according to invention sulfur and potassium carbonate (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) under luftabschluss are so for a long time fused with 250°C, until the CO<sub>2</sub>-Entwicklung (from the decomposition of the potassium carbonate) is terminated. With the cooling a greenish-yellow, hard mass, which after radiographic investigations from the main components of potassium polysulfides, K<sub>2</sub>S<sub>n</sub> Kaliumthiosulfat, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> whereby n = 3?6 is, develops as well as subordinated potassium sulfate, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> exists. The relative portions of the three components depend on the mixing proportion of the output chemicals. The production of an aqueous solution in working condition for the Hg immobilization effected then via



dissolution before of the mechanically cut up fusion cake in water. A brownish-yellow solution with a pH value of 12,5 develops. In order a composition to received, attainable regarding an optimal Hg immobilization, the output chemicals sulfur and potassium carbonate in conditions 1:1 became; 1:1,5; 1:2 and 1:3 melted. From this appropriate aqueous solutions were manufactured. With these solutions the respective Hg connection capacity was measured. In the case of it the following values resulted: Relationship S:K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Hg connection capacity in meq Hg/g of the melt 1:1 22.13 1:1,5 23.20 1:2 21.63 1:3 17.08 from this results that with mixing proportion between 1:1 and 1:2 similarly high immobilization effects are obtained. The optimal value is with a ratio 1:1,5. The calculation of the solution quantity necessary for the Hg immobilization takes place after the Hg concentration which can be expected in the solid. To note it is however that also different metal connections, this applies in particular to iron and Manganoxihydrate crystallized badly, with polysulfides reacts and black iron and manganese sulfides forms. A surplus of faellungsmittel is thus in most cases indicated. Furthermore the invention concerns a composition for the immobilization of elementary mercury in contaminated solids, in particular soils, sediments, dump materials, industriellen wastes, who is characterized by the fact that she exhibits potassium polysulfide and Kaliumthiosulfatanteile. The composition can exhibit potassium sulfate portions alternatively. It is preferably present as aqueous solution. It appropriately exhibits carbonate portions, in order to prevent an oxidation of mercury and eisenverbindungen transferred in sulfide.



⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 44 22 468 A 1**

⑥① Int. Cl. 6:  
**A 62 D 3/00**

⑳ Aktenzeichen: P 44 22 468.0  
㉑ Anmeldetag: 28. 6. 94  
㉒ Offenlegungstag: 4. 1. 96

DE 44 22 468 A 1

㉑ Anmelder:

UBIB Unternehmensberatungs GmbH, 89186  
Illerrieden, DE

㉒ Vertreter:

Patentanwälte Hauck, Graalfs, Wehnert, Döring,  
Siemons, 40474 Düsseldorf

㉓ Erfinder:

Müller, German, Prof., 69245 Bammental, DE

㉔ Verfahren und Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber

- ㉕ Es werden ein Verfahren und eine Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, beschrieben. Der mit Quecksilber kontaminierte Feststoff wird hierbei mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt. Es wird eine Lösung verwendet, deren Ausgangsmaterial durch Zusammenschmelzen von Schwefel und Kaliumcarbonat unter Luftabschluß hergestellt worden ist. Mit einem solchen Verfahren und einer solchen Zusammensetzung läßt sich eine besonders hohe Immobilisierungswirkung erzielen.

DE 44 22 468 A 1

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen. Die Erfindung bezieht sich ferner auf eine Zusammensetzung hierzu.

Es ist bekannt, Schwermetalle aus wäßrigen Lösungen, bei denen es sich meistens um Abwässer der metallverarbeitenden Industrie handelt, durch hydroxidische Fällung zu entfernen. Daneben werden jedoch auch bereits Verfahren eingesetzt, bei denen eine Fällung der Metalle als Sulfid stattfindet. Der Vorteil der Sulfid-Fällung liegt darin, daß die Metallsulfide eine weit geringere Löslichkeit als die entsprechenden Metallhydroxide besitzen und dadurch ein geringerer Metall-Restgehalt in der Lösung verbleibt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen zu schaffen, mit dem sich eine besonders hohe Immobilisierungswirkung erzielen läßt.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der angegebenen Art dadurch gelöst, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt.

Es hat sich gezeigt, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine rasche Umwandlung des Quecksilbers zu schwarzem Quecksilbersulfid (HgS) erfolgt, wobei die Reaktionsdauer von der Teilchengröße der Quecksilber-Tröpfchen abhängt. Bei feinst verteiltem Quecksilber ist die Reaktion spontan und läuft im Bruchteil einer Sekunde ab. Bei größeren Tröpfchen kann die Reaktion durch Einsatz von oberflächenaktiven Stoffen (Tensiden) und/oder durch Durchführung einer Ultraschall-Behandlung beschleunigt werden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren läßt sich das elementare Quecksilber in nicht-toxische Substanzen, nämlich Quecksilbersulfid, überführen, das auf normalen Deponien gelagert werden kann und nicht als Sonderabfall behandelt werden muß. HgS ist in Wasser praktisch unlöslich und wird sogar von konzentrierten Mineralsäuren nur langsam aufgelöst. Bei einer ordnungsgemäßen Deponierung ist die Einwirkung von konzentrierten Mineralsäuren von außen her auf das immobilisierte Material selbst unter extremen Bedingungen wenig wahrscheinlich. Möglich ist hingegen eine Oxidation der in Sulfid überführten Quecksilber- und Eisenverbindungen unter aeroben Bedingungen, was zur Bildung von schwefliger Säure und letztendlich Schwefelsäure führen kann, die ihrerseits wieder Quecksilbersulfid in Lösung bringen könnte, falls ein für die Auflösung von HgS erforderlicher niedriger pH-Wert überhaupt erreichbar ist. Um diesen Prozeß von vornherein auszuschließen, genügt bereits ein geringer Karbonatgehalt im Feststoff, der entweder bereits im zu behandelnden Material vorhanden ist (beispielsweise in vielen Böden) oder, falls dies nicht der Fall ist, dem Feststoff bei oder nach der Immobilisierung in Form von Kalk (CaCO<sub>3</sub>, Gesteinsmehl) zugegeben wird.

Solange im Substrat Kalk vorhanden ist, verbleibt der pH-Wert im Karbonatpufferungsbereich zwischen pH 8,6 – 6,2, und die durch Oxidation von Sulfid möglicherweise entstehenden Protonen werden durch die Reaktion mit CaCO<sub>3</sub> neutralisiert:



Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Lösung werden Schwefel und Kaliumkarbonat (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) unter Luftabschluß bei 250° C so lange zusammengeschmolzen, bis die CO<sub>2</sub>-Entwicklung (aus der Zersetzung des Kaliumkarbonats) beendet ist. Beim Abkühlen entsteht eine grünlich-gelbe, harte Masse, die nach röntgenographischen Untersuchungen aus den Hauptkomponenten

10 Kaliumpolysulfide, K<sub>2</sub>S<sub>n</sub>  
Kaliumthiosulfat, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
wobei n = 3–6 ist,  
sowie untergeordnet  
Kaliumsulfat, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
15 besteht.

Die relativen Anteile der drei Komponenten sind vom Mischungsverhältnis der Ausgangskemikalien abhängig.

Die Herstellung einer für die Hg-Immobilisierung gebrauchsfähigen wäßrigen Lösung erfolgt dann durch Auflösung des zuvor mechanisch zerkleinerten Schmelzkuchens in Wasser. Es entsteht eine bräunlich-gelbe Lösung mit einem pH-Wert von 12,5.

Um eine im Hinblick auf eine optimale Hg-Immobilisierung erreichbare Zusammensetzung zu erhalten, wurden die Ausgangskemikalien Schwefel und Kaliumkarbonat in den Verhältnissen 1:1; 1:1,5; 1:2 und 1:3 geschmolzen. Hieraus wurden entsprechende wäßrige Lösungen hergestellt. Mit diesen Lösungen wurde die jeweilige Hg-Bindungskapazität gemessen. Es ergaben sich dabei folgende Werte:

Verhältnis S:K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Hg-Bindungskapazität in meq Hg/g der Schmelze
1:1	22,13
1:1,5	23,20
1:2	21,63
1:3	17,08

Hieraus ergibt sich, daß bei Mischungsverhältnissen zwischen 1:1 und 1:2 ähnlich hohe Immobilisierungswirkungen erzielt werden. Der optimale Wert liegt bei einem Verhältnis 1:1,5.

Die Bemessung der für die Hg-Immobilisierung erforderlichen Lösungsmenge erfolgt nach der zu erwartenden Hg-Konzentration im Feststoff. Zu beachten ist jedoch, daß auch andere Metallverbindungen, dies gilt insbesondere für schlecht kristallisierte Eisen- und Manganoxyhydrate, mit Polysulfiden reagieren und schwarze Eisen- und Mangansulfide bilden. Ein Überschuß an Fällungsmittel ist somit in den meisten Fällen angezeigt.

Die Erfindung betrifft ferner eine Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie Kaliumpolysulfid- und Kaliumthiosulfatanteile aufweist. Die Zusammensetzung kann wahlweise Kaliumsulfatanteile aufweisen. Sie liegt vorzugsweise als wäßrige Lösung vor. Zweckmäßigerweise weist sie Karbonatanteile auf, um eine Oxidation der in Sulfid überführten Quecksilber- und Eisenverbindungen zu verhindern.

#### Patentansprüche

##### 1. Verfahren zur Immobilisierung von elementarem

- Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, dadurch gekennzeichnet, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer wäßrigen Kaliumpolysulfid-Kaliumthiosulfat-Lösung behandelt. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den mit Quecksilber kontaminierten Feststoff mit einer Lösung behandelt, die desweiteren Kaliumsulfat enthält. 10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Lösung verwendet, deren Ausgangsmaterial durch Zusammenschmelzen von Schwefel und Kaliumkarbonat unter Luftabschluß hergestellt worden ist. 15
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Herstellung des Ausgangsmaterials Mischungsverhältnisse S:K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> von 1:1 bis 1:2, vorzugsweise von 1:1,5, verwendet. 20
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösung durch Auflösen des mechanisch zerkleinerten Ausgangsmaterials in Wasser herstellt. 25
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösung in bezug auf die Hg-Konzentration im Feststoff im Überschuß einsetzt. 30
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Feststoff bei oder nach der Immobilisierung Karbonat zusetzt. 35
8. Zusammensetzung zur Immobilisierung von elementarem Quecksilber in kontaminierten Feststoffen, insbesondere Böden, Sedimenten, Deponiematerialien, industriellen Abfällen, dadurch gekennzeichnet, daß sie Kaliumpolysulfid- und Kaliumthiosulfatanteile aufweist. 40
9. Zusammensetzung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie Kaliumsulfatanteile aufweist. 45
10. Zusammensetzung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß sie als wäßrige Lösung vorliegt. 50
11. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß sie Karbonatanteile aufweist. 55
- 60
- 65

- Leerseite -